

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-357501

(P 2 0 0 1 - 3 5 7 5 0 1 A)

(43) 公開日 平成13年12月26日 (2001.12.26)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコード <sup>*</sup> (参考)
G11B 5/00		G11B 5/00	Z 5D006
5/70		5/70	5D091
5/706		5/706	5E040
5/708		5/708	
H01F 1/047		H01F 1/06	J
		審査請求 未請求 請求項の数 1	O L (全16頁)

(21) 出願番号 特願2000-181790 (P 2000-181790)

(22) 出願日 平成12年6月16日 (2000.6.16)

(71) 出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社  
神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 神保 昇

神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フイルム株式会社内

(74) 代理人 100105647

弁理士 小栗 昌平 (外4名)

Fターム(参考) 5D006 BA08 BA10 BA19 FA09

5D091 AA01 CC05

5E040 AA11 AA19 BB04 CA06 NN06

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体の記録再生方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 短波長領域における磁気記録媒体のノイズ、出力、C/Nが優れ、且つ耐久性、摩擦係数が優れた記録再生法を提供すること。

【解決手段】 支持体上に少なくとも強磁性金属粉末、研磨剤及びカーボンブラックを含む磁性層を設けた磁気記録媒体の記録再生方法において、強磁性粉末は平均長軸長が30～100nmで、且つ粒子体積 $V_{mp}$ が $5 \times 10^3 \sim 2.1 \times 10^4 \text{ nm}^3$ であり、研磨剤は平均粒子径が10～120nmで、且つ粒子体積 $V_{ab}$ が $5 \times 10^3 \sim 9 \times 10^5 \text{ nm}^3$ であり、カーボンブラックは平均粒子径が5～60nmで、且つ粒子体積 $V_c$ が $6.5 \times 10^1 \sim 1.1 \times 10^5 \text{ nm}^3$ であり、且つ特定の関係式を同時に満たす磁気記録媒体にbit体積 $V_{bit}$ が $10^4 \sim 10^8 \text{ nm}^3$ の範囲となる記録密度で記録する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 支持体上に少なくとも強磁性金属粉末、研磨剤及びカーボンブラックを含む磁性層を設けた磁気記録媒体の記録再生方法において、強磁性粉末は平均長軸長が $30 \sim 100 \text{ nm}$ で、且つ粒子体積 $V_{mp}$ が $5 \times 10^3 \sim 2.1 \times 10^4 \text{ nm}^3$ であり、研磨剤は平均粒子径が $10 \sim 120 \text{ nm}$ で、且つ粒子体積 $V_{ab}$ が $5 \times 10^3 \sim 9 \times 10^5 \text{ nm}^3$ であり、カーボンブラックは平均粒子径が $5 \sim 60 \text{ nm}$ で、且つ粒子体積 $V_c$ が $6.5 \times 10^1 \sim 1.1 \times 10^5 \text{ nm}^3$ であり、且つ下記の関係式

(1)、(2)、(3)を同時に満たす磁気記録媒体にbit体積 $V_{bit}$ が $10^4 \sim 10^6 \text{ nm}^3$ の範囲となる記録密度で記録することを特徴とする磁気記録媒体の記録再生方法。

$$0.0005 \geq V_{mp}/V_{bit} \geq 0.000005 \quad (1)$$

$$200 \geq V_{ab}/V_{mp} \geq 0.1 \quad (2)$$

$$10 \geq V_c/V_{mp} \geq 0.03 \quad (3)$$

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体の記録再生法に関し、特に強磁性金属粉末と結合剤を主体とする磁性塗料を支持体上に塗布して磁性層を形成した塗布型の磁気記録媒体の記録再生法に関連し、短波長領域におけるノイズ、出力、C/N、特性が優れ、且つ耐久性、摩擦係数が優れた記録再生法に関する。また 磁気抵抗型(MR)ヘッドに適した低ノイズ、高出力、走行性能、摩擦係数に優れた記録再生法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】磁気記録技術は、媒体の繰り返し使用が可能であること、信号の電子化が容易であり周辺機器との組み合わせによるシステムの構築が可能であること、信号の修正も簡単にできること等の他の記録方式にはない優れた特長を有することから、ビデオ、オーディオ、コンピューター用途等を始めとして様々な分野で幅広く利用されてきた。そして、機器の小型化、記録再生信号の質の向上、記録の長時間化、記録容量の増大等の要求に対応するために、記録媒体に関しては、記録密度、信頼性、耐久性をより一層向上させることが常に望まれてきた。

【0003】近年、ミニコンピュータ、パーソナルコンピュータなどのオフィスコンピュータの普及に伴って、外部記憶媒体として、コンピュータ情報を保存するための磁気テープ(所謂、バックアップテープ)の研究が盛んに行われている。このような用途の磁気記録媒体の実用化に際しては、特にコンピュータの小型化、情報処理能力の増大および搭載されるハードディスクの大容量化と相まって、記録容量の向上が強く要求される。また磁気記録媒体が可換媒体であること、磁気記録媒体の使用環境の広がりによる幅広い環境条件下(特に、変動の激

しい温湿度条件下など)での使用、データ保存に対する信頼性、更に高速での繰り返し使用による多数回走行におけるデータの安定した記録、読み出し等の性能に対する信頼性なども従来にまして要求される。

【0004】一般に、磁気記録媒体は、合成樹脂などの可撓性材料の支持体上に、磁性層が設けられた構成である。そして上記のような大きい記録容量(体積記録容量)を達成するためには、磁性粉末の粉体サイズを小さくする、その分散性を向上させる、あるいは磁性層を更に薄膜化するなどの磁性層自体の面記録密度を高めることが有効な方法であるとされている。また良好な感度(特に高周波領域での出力)を維持させるためには磁性層は平滑、通常、中心面平均表面粗さで $1.0 \sim 3.0 \text{ nm}$ であることが好ましいが、この平滑化を達成するために支持体と磁性層の間に下地層を設けたり、巻き乱れ、走行性の低下を防止するために、上記支持体の磁性層とは反対の面に通常バック層が設けられることが多い。中でも該記録密度向上は、磁性層のbit体積の微細化が有力な手段であるが、bit体積を小さくするには、強磁性粉末のサイズを小さくする必要があるが、サイズを小さくして行くと分散性が低下し、ひいては磁性層の表面性が低下して出力、C/Nが低下し、信号エラーが増加するという問題がある。また、一方、通常、研磨剤やカーボンブラック等の非磁性粉体を磁性層に添加することにより磁気記録媒体の走行耐久性を確保している。そして、bit体積の微細化による信号エラーは、非磁性粉体のサイズの影響があるのではないかと考えられてきているが、磁気記録媒体に特定範囲の高い記録密度で記録し、走行耐久性を確保しつつ高いC/Nで再生可能なように非磁性粉体の大きさの範囲を特定することが望まれる。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、短波長領域における磁気記録媒体のノイズ、出力、C/Nが優れ、且つ耐久性、摩擦係数が優れた記録再生法を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、支持体上に少なくとも強磁性金属粉末、研磨剤及びカーボンブラックを含む磁性層を設けた磁気記録媒体の記録再生方法において、強磁性粉末は平均長軸長が $30 \sim 100 \text{ nm}$ で、且つ粒子体積 $V_{mp}$ が $5 \times 10^3 \sim 2.1 \times 10^4 \text{ nm}^3$ であり、研磨剤は平均粒子径が $10 \sim 120 \text{ nm}$ で、且つ粒子体積 $V_{ab}$ が $5 \times 10^3 \sim 9 \times 10^5 \text{ nm}^3$ であり、カーボンブラックは平均粒子径が $5 \sim 60 \text{ nm}$ で、且つ粒子体積 $V_c$ が $6.5 \times 10^1 \sim 1.1 \times 10^5 \text{ nm}^3$ であり、且つ下記の関係式(1)、(2)、(3)を同時に満たす磁気記録媒体にbit体積 $V_{bit}$ が $10^4 \sim 10^6 \text{ nm}^3$ の範囲となる記録密度で記録することを特徴とする磁気記録媒体の記録再生方法に関する。

$$0.0005 \geq V_{mp}/V_{bit} \geq 0.000005 \quad (1)$$

$$200 \geq V_{ab}/V_{mp} \geq 0.1 \quad (2)$$

$$10 \geq V_c/V_{mp} \geq 0.03 \quad (3)$$

【0007】本発明は下記態様が好ましい。

・強磁性金属粉末の抗磁力 $H_c$ が $0.94 \times 10^5 \text{ A/m}$ ～ $2.86 \times 10^5 \text{ A/m}$  ( $1200 \sim 3600 \text{ Oe}$ )、且つ飽和磁化 $\sigma_s$ が $80 \sim 180 \text{ A} \cdot \text{m}^3/\text{kg}$

であることを特徴とする磁気記録媒体の記録再生方法。

・強磁性金属粉末は $\text{Co}/\text{Fe}$ で、 $\text{Co}$ を5～50原子%含有することを特徴とする磁気記録媒体の記録再生方法。

・支持体上に実質的に非磁性である下層と磁性層をこの順に設け、該磁性層の抗磁力が $9.4 \times 10^4 \text{ A/m}$

( $1200 \text{ Oe}$ )以上であり、前記磁性層の飽和磁束密度と磁性層厚みの積 $\Phi_m$ が $5 \sim 300 \text{ (mT} \cdot \mu\text{m)}$ であり、且つ前記磁性層の表面粗さが3D-MIRAU法による中心面平均表面粗さで $1.0 \sim 3.0 \text{ nm}$ であることを特徴とする磁気記録媒体の記録再生方法。

【0008】

【発明の実施の形態】本願明細書において、平均長軸長、平均粒子径とは一次粒子の長軸長、円相当径の平均を意味する。一次粒子とは、凝集のない独立した1個の粉体である。

【0009】本願明細書において、強磁性金属粉末、研磨剤、カーボンブラックのように種々の粉体のサイズ

(以下、「粉体サイズ」と言う)は、高分解能透過型電子顕微鏡写真より求められる。即ち、粉体サイズは、①粉体の形状が針状、紡錘状、柱状(ただし、高さが底面の最大長径より大きい)等の場合は、粉体を構成する長軸の長さ、即ち長軸長で表され、②粉体の形状が板状乃至柱状(ただし、厚さ乃至高さが板面乃至底面の最大長径より小さい)場合は、その板面乃至底面の最大長径で表され、③粉体の形状が球形、多面体状、不特定形等であって、かつ形状から粉体を構成する長軸を特定できない場合は、円相当径で表される。円相当径とは、円投影法で求められるものを言う。

【0010】また、該粉体の平均粉体サイズは、上記粉体サイズの算術平均であり、約500個の粉体について上記の如く測定を実施して求めたものである。また、該粉体の平均針状比は、上記測定において粉体の短軸の長さ(長軸に対して直角方向の最大長)、即ち短軸長を測定し、各粉体の(長軸長/短軸長)の値の算術平均を指す。ここで、短軸長とは、上記粉体サイズの定義で①の

$$0.0003 \geq V_{mp}/V_{bit} \geq 0.000005 \quad (1a)$$

$$100 \geq V_{ab}/V_{mp} \geq 0.1 \quad (2a)$$

$$6 \geq V_c/V_{mp} \geq 0.03 \quad (3a)$$

【0014】本発明は、磁性層に含まれる強磁性金属粉末、研磨剤及びカーボンブラックの各々のサイズを $V_{bit}$ が $10^4 \sim 10^8 \text{ nm}^3$ の範囲となる記録密度との関係で満足するように設定することにより、記録密度が同範囲

場合は、粉体を構成する短軸の長さを、同じく②の場合は、厚さ乃至高さを各々指し、③の場合は、長軸と短軸の区別がないから、(長軸長/短軸長)は便宜上、1とみなす。

【0011】そして、粉体の形状が特定の場合、例えば、上記粉体サイズの定義①の場合は、平均粉体サイズを平均長軸長と言い、同定義②の場合は平均粉体サイズを平均板径と言い、(最大長径/厚さ乃至高さ)の算術平均を平均板状比という。同定義③の場合は平均粉体サイズを平均粒子径という。本発明において、 $V_{mp}$ は平均長軸長及び平均針状比に基づく回転楕円体近似、 $V_{ab}$ と $V_c$ は、平均粒子径に基づく球体近似で求められる値を言う。また、 $V_{bit}$ は、次式にて求められる値を言う。

$$V_{bit} = \text{記録トラックピッチ} \times \text{記録bit長} \times \text{記録深さ} \\ = \text{記録トラックピッチ} \times \lambda^3 / 8$$

ここで、 $\lambda$ :記録波長、記録bit長: $\lambda/2$ 、記録深さ: $\lambda/4$

本発明では、 $V_{bit}$ が $10^4 \sim 10^8 \text{ nm}^3$ 、好ましくは $2 \times 10^4 \sim 9 \times 10^7 \text{ nm}^3$ の範囲となる記録密度で磁気記録媒体を記録する。 $\lambda$ は、通常、 $50 \sim 400 \text{ nm}$ 、好ましくは $100 \sim 300 \text{ nm}$ の範囲であり、記録トラックピッチは、 $400 \sim 7000 \text{ nm}$ 、好ましくは $1000 \sim 5000 \text{ nm}$ の範囲である。

【0012】本発明の磁気記録媒体の記録再生方法において、強磁性粉末は平均長軸長が $30 \sim 100 \text{ nm}$ 、好ましくは $35 \sim 100 \text{ nm}$ で、且つ粒子体積 $V_{mp}$ が $5 \times 10^4 \sim 2.1 \times 10^8 \text{ nm}^3$ 、好ましくは $9 \times 10^4 \sim 1.5 \times 10^8 \text{ nm}^3$ であり、研磨剤は平均粒子径が $10 \sim 120 \text{ nm}$ 、好ましくは $10 \sim 100 \text{ nm}$ で、且つ粒子体積 $V_{ab}$ が $5 \times 10^4 \sim 9 \times 10^8 \text{ nm}^3$ 、好ましくは $5.2 \times 10^4 \sim 5.2 \times 10^8 \text{ nm}^3$ であり、カーボンブラックは平均粒子径が $5 \sim 60 \text{ nm}$ 、好ましくは $8 \sim 55 \text{ nm}$ で、且つ粒子体積 $V_c$ が $6.5 \times 10^4 \sim 1.1 \times 10^8 \text{ nm}^3$ 、好ましくは $2.7 \times 10^4 \sim 8.7 \times 10^8 \text{ nm}^3$ である。

【0013】また、本発明は、下記関係式(1)～(3)を満たす必要がある。

$$0.0005 \geq V_{mp}/V_{bit} \geq 0.000005 \quad (1)$$

$$200 \geq V_{ab}/V_{mp} \geq 0.1 \quad (2)$$

$$10 \geq V_c/V_{mp} \geq 0.03 \quad (3)$$

そして、それらの好ましい範囲は、下記(1a)～(3a)の通りである。

のように高い場合でもノイズ、出力、C/Nが優れ、且つ磁気記録媒体の耐久性を確保することができる。

【0015】以下、本発明について詳細に説明する。本発明に好適な磁気記録媒について説明する。

【0016】〔磁性層〕磁性層は、単層であっても2層以上から構成してもよく、後者の場合、それら層相互の位置関係は目的により隣接して設けても間に磁性層以外の層を介在させて設けてもよく、公知の層構成が採用できる。なお、本発明において、磁性層の厚みとは、複層の場合は最上層の磁性層の乾燥厚みを言う。

【0017】磁性層を複層で構成する例としては、強磁性酸化鉄、強磁性コバルト変性酸化鉄、 $\text{CrO}_2$ 粉末、六方晶系フェライト粉末及び各種強磁性金属粉末等から選択した強磁性金属粉末を結合剤中に分散した磁性層を組み合わせたものが挙げられる。なお、この場合、同種の強磁性金属粉末であっても元素組成、粉体サイズ等の異なる強磁性金属粉末を含む磁性層を組み合わせることもできる。また、磁気記録媒体としては、支持体上に実質的に非磁性である下層と磁性層をこの順に設けたものが好ましい。以下、磁性層を上層あるいは上層磁性層、下層を非磁性層と称することもある。

【0018】磁性層の抗磁力は、磁気記録媒体の高出力を確保する観点から、好ましくは $9.4 \times 10^4 \text{ A/m}$  ( $1200 \text{ Oe}$ )以上であり、より好ましくは $1.43 \times 10^5 \text{ A/m} \sim 2.79 \times 10^5 \text{ A/m}$  ( $1800 \sim 3500 \text{ Oe}$ )である。また、磁性層の飽和磁束密度と磁性層厚みの積 $\Phi_m$ は、オーバーライト、ノイズの点から、好ましくは $5 \sim 300 \text{ (mT} \cdot \mu\text{m)}$ 、より好ましくは $10 \sim 270 \text{ (mT} \cdot \mu\text{m)}$ の範囲である。

【0019】下層と磁性層を支持体上に設けた磁気記録媒体は、下層を塗布後、下層が湿潤状態の内に上層を同時、又は逐次に塗布するウェット・オン・ウェット法 ( $W/W$ )でも、下層が乾燥した後上層磁性層を設けるウェット・オン・ドライ法 ( $W/D$ )でも作成できる。生産得率の点から同時、又は逐次湿潤塗布が好ましい。同時、又は逐次湿潤塗布 ( $W/W$ )では上層/下層が同時に形成できるため、カレンダー工程などの表面処理工程を有効に活用でき、超薄層でも上層磁性層の表面粗さを良好化できる。

【0020】〔強磁性金属粉末〕磁性層に使用する強磁性金属粉末としては、 $\alpha\text{-Fe}$ を主成分とする強磁性金属粉末が好ましい。強磁性金属粉末には所定の原子以外に $\text{Al}$ 、 $\text{Si}$ 、 $\text{Ca}$ 、 $\text{Mg}$ 、 $\text{Ti}$ 、 $\text{Cr}$ 、 $\text{Cu}$ 、 $\text{Y}$ 、 $\text{Sn}$ 、 $\text{Sb}$ 、 $\text{Ba}$ 、 $\text{W}$ 、 $\text{La}$ 、 $\text{Ce}$ 、 $\text{Pr}$ 、 $\text{Nd}$ 、 $\text{P}$ 、 $\text{Co}$ 、 $\text{Mn}$ 、 $\text{Zn}$ 、 $\text{Ni}$ 、 $\text{Sr}$ 、 $\text{B}$ などの原子を含んでもかまわない。特に、 $\text{Al}$ 、 $\text{Ca}$ 、 $\text{Mg}$ 、 $\text{Y}$ 、 $\text{Ba}$ 、 $\text{La}$ 、 $\text{Nd}$ 、 $\text{Sm}$ 、 $\text{Co}$ 、 $\text{Ni}$ の少なくとも1つを $\alpha\text{-Fe}$ 以外に含むことが好ましい。 $\text{Co}$ は $\text{Fe}$ と合金を作ると飽和磁化が増加し、かつ減磁が改良されるので特に好ましい。 $\text{Co}$ の含有量は $\text{Fe}$ に対して $5 \sim 50$ 原子%が好ましく、さらに好ましくは $10$ 原子% $\sim 40$ 原子%、より好ましくは $15$ 原子% $\sim 35$ 原子%である。 $\text{Y}$ 等の希土類元素の含有量は $1.5$ 原子% $\sim 12$ 原子%が好ましく、さらに好ましくは $3$ 原子% $\sim 10$ 原子%、より好

ましくは $4$ 原子% $\sim 9$ 原子%である。 $\text{Al}$ は $1.5$ 原子% $\sim 12$ 原子%が好ましく、さらに好ましくは $3$ 原子% $\sim 10$ 原子%、より好ましくは $4$ 原子% $\sim 9$ 原子%である。 $\text{Y}$ を含む希土類や $\text{Al}$ は焼結防止剤として機能しており、組合わせて使用することでより高い焼結防止効果が得られる。これらの強磁性金属粉末にはあとで述べる分散剤、潤滑剤、界面活性剤、帯電防止剤などで分散前にあらかじめ処理を行ってもかまわない。具体的には、特公昭44-14090号、特公昭45-18372号、特公昭47-22062号、特公昭47-22513号、特公昭46-28466号、特公昭46-38755号、特公昭47-4286号、特公昭47-12422号、特公昭47-17284号、特公昭47-18509号、特公昭47-18573号、特公昭39-10307号、特公昭46-39639号、米国特許第3026215号、同3031341号、同3100194号、同3242005号、同3389014号などの各公報に記載されている。

【0021】強磁性金属粉末には、少量の水酸化物または酸化物が含まれてもよい。強磁性金属粉末の公知の製造方法により得られたものを用いることができ、下記の方法を挙げることができる。焼結防止処理を行った含水酸化鉄、酸化鉄を水素などの還元性気体で還元して $\text{Fe}$ あるいは $\text{Fe-CO}$ 粒子などを得る方法、複合有機酸塩（主としてシュウ酸塩）と水素などの還元性気体で還元する方法、金属カルボニル化合物を熱分解する方法、強磁性金属の水溶液に水素化ホウ素ナトリウム、次亜リン酸塩あるいはヒドラジンなどの還元剤を添加して還元する方法、金属を低圧の不活性気体中で蒸発させて粉末を得る方法などである。このようにして得られた強磁性金属粉末は公知の徐酸化処理をする。含水酸化鉄、酸化鉄を水素などの還元性気体で還元し、酸素含有ガスと不活性ガスの分圧、温度、時間を制御して表面に酸化皮膜を形成する方法が、減磁量が少なく好ましい。

【0022】磁性層の強磁性金属粉末を $\text{BET}$ 法による比表面積 ( $S_{\text{BET}}$ ) で表せば、通常、 $40 \sim 80 \text{ m}^2/\text{g}$ であり、好ましくは $45 \sim 70 \text{ m}^2/\text{g}$ である。 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下ではノイズが高くなり、 $80 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上では平滑な表面が得にくく好ましくない。強磁性金属粉末の結晶子サイズは通常、 $30 \sim 180 \text{ \AA}$ であり、好ましくは $35 \sim 170 \text{ \AA}$ 、さらに好ましくは $40 \sim 170 \text{ \AA}$ である。強磁性金属粉末の平均針状比（（長軸長/短軸長）の平均）は $3 \sim 15$ が好ましく、さらには $3 \sim 10$ が好ましい。磁性金属粉末の飽和磁化 $\sigma_s$ は通常、 $80 \sim 180 \text{ A} \cdot \text{m}^3/\text{kg}$ であり、好ましくは $100 \sim 160 \text{ A} \cdot \text{m}^3/\text{kg}$ 、さらに好ましくは $110 \sim 160 \text{ A} \cdot \text{m}^3/\text{kg}$ である。強磁性金属粉末の抗磁力は $0.94 \times 10^5 \text{ A/m} \sim 2.86 \times 10^5 \text{ A/m}$  ( $1200 \sim 3600 \text{ Oe}$ )が好ましく、 $1700$ エルステッド $\sim 3500$ エルステッド ( $1.35 \times 10^5 \text{ A/m} \sim 2.$

$7.9 \times 10^5 \text{ A/m}$ ) が更に好ましく、特に好ましくは  $1800 \text{ エルステッド} \sim 3000 \text{ エルステッド}$  ( $1.43 \times 10^5 \text{ A/m} \sim 2.39 \times 10^5 \text{ A/m}$ ) である。

【0023】強磁性金属粉末の含水率は0.1～2質量%とするのが好ましい。結合剤の種類によって強磁性金属粉末の含水率は最適化するのが好ましい。強磁性金属粉末のpHは、用いる結合剤との組合せにより最適化することが好ましい。その範囲は6～12であるが、好ましくは7～11である。強磁性金属粉末のSA(ステアリン酸)吸着量(表面の塩基性点の尺度)は  $1 \sim 15 \mu \text{mol/m}^2$ 、好ましくは  $2 \sim 10 \mu \text{mol/m}^2$ 、さらに好ましくは  $3 \sim 8 \mu \text{mol/m}^2$  である。ステアリン酸吸着量が多い強磁性金属粉末を使用する時、表面に強く吸着する有機物で表面修飾して磁気記録媒体を作成することが好ましい。強磁性金属粉末には可溶性のNa、Ca、Fe、Ni、Sr、 $\text{NH}_4$ 、 $\text{SO}_4$ 、Cl、N $\text{O}_3$ 、 $\text{NO}_2$ などの無機イオンを含む場合がある。これらは、本質的に無い方が好ましい。各イオンの総和が300ppm以下程度であれば、特性には影響しない。また、強磁性金属粉末は空孔が少ないほうが好ましくその値は20容量%以下、さらに好ましくは5容量%以下である。強磁性金属粉末自体のSFD(switching-field distribution)は小さい方が好ましく、強磁性金属粉末のHc分布を小さくする必要がある。テープのSFDが小さいと、磁化反転がシャープでピークシフトが小さくなり、高密度デジタル磁気記録に好適である。Hc分布を小さくするためには、強磁性金属粉末においてはゲータイトの粒度分布を良くする、単分散 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ を使用する、粒子間の焼結を防止するなどの方法がある。

【0024】(磁性層のカーボンブラック)磁性層に使用されるカーボンブラックはゴム用ファーネス、ゴム用サーマル、カラー用ブラック、導電性カーボンブラック、アセチレンブラック、等を用いることができる。比表面積は  $5 \sim 500 \text{ m}^2/\text{g}$ 、DBP吸油量は  $10 \sim 400 \text{ ml}/100 \text{ g}$ 、pHは2～10、含水率は0.1～10質量%、タップ密度は  $0.1 \sim 1 \text{ g/ml}$ 、が好ましい。磁性層に用いられるカーボンブラックの具体的な例としては、キャボット製、BLACK PEARLS 2000、1300、1000、900、905、800、700、VULCAN XC-72、旭カーボン製、#80、#60、#55、#50、#35、三菱化学製、#2400B、#2300、#900、#1000、#30、#40、#10B、コロニアンカーボン製、CONDUCTEX SC、RAVEN 150、50、40、15、RAVEN-MT-P、アクゾー社製、ケッチェンブラックEC、などがあげられる。カーボンブラックを分散剤などで表面処理したり、樹脂でグラフト化して使用しても、表面の一部をグラファイト化したものを使用してもかまわない。また、カーボンブラックを磁性塗料に添加する前にあらかじめ結合剤で分散

してもかまわない。これらのカーボンブラックは単独、または組合せで使用することができる。カーボンブラックを使用する場合は、磁性体に対する量の0.1～30質量%で通常、用いることができる。カーボンブラックは磁性層の帯電防止、摩擦係数低減、遮光性付与、膜強度向上などの働きがあり、これらは用いるカーボンブラックにより異なる。従って、これらのカーボンブラックは上層磁性層、非磁性層でその種類、量、組合せを変え、粉体サイズ、吸油量、電導度、pHなどの先に示した諸特性をもとに目的に応じて使い分けることはもちろん可能であり、むしろ各層で最適化すべきものである。磁性層で使用できるカーボンブラックは例えば(「カーボンブラック便覧」カーボンブラック協会編)を参考にすることができる。

【0025】(研磨剤)磁性層に使用される研磨剤としては、 $\alpha$ 化率90%以上の $\alpha$ -アルミナ、 $\beta$ -アルミナ、微粒子ダイヤモンド、炭化ケイ素、酸化クロム、酸化セリウム、 $\alpha$ -酸化鉄、コランダム、窒化珪素、炭化珪素、チタンカーバイト、酸化チタン、二酸化珪素、窒化ホウ素、など主としてモース硬度6以上の公知の材料が単独または組合せで使用される。また、これらの研磨剤同士の複合体(研磨剤を他の研磨剤で表面処理したもの)を使用してもよい。これらの研磨剤には主成分以外の化合物または元素が含まれる場合もあるが主成分が90質量%以上であれば効果にかわりはない。これら研磨剤のサイズは、前記のとおりであるが、特に電磁変換特性を高めるためには、その粒度分布が狭い方が好ましい。また耐久性を向上させるには必要に応じてサイズの異なる研磨剤を組み合わせたり、単独の研磨剤でもサイズ分布を広くして同様の効果をもたせることも可能である。タップ密度は  $0.3 \sim 1.5 \text{ g/ml}$ 、含水率は0.1～5質量%、pHは2～11、比表面積は  $1 \sim 40 \text{ m}^2/\text{g}$  が好ましい。

【0026】研磨剤の形状は、前記のとおりであるが、場合により針状等のものが併用され、形状の一部に角を有するものが研磨性が高く好ましい。具体的には住友化学社製AKP-10、AKP-15、AKP-20、AKP-30、AKP-50、HIT-20、HIT-30、HIT-50、HIT-60A、HIT-50G、HIT-70、HIT-80、HIT-82、HIT-100、レイノルズ社製ERC-DBM、HP-DBM、HPS-DBM、不二見研磨剤社製WA1000、上村工業社製UB20、日本化学工業社製G-5、クロメックスU2、クロメックスU1、戸田工業社製TF100、TF140、イビデン社製ベータランダムウルトラファイン、昭和鉱業社製B-3などが挙げられる。これらの研磨剤は必要に応じて下層に添加することもできる。下層に添加することで表面形状を制御したり、研磨剤の突出状態を制御したりすることができる。これら磁性層、下層の添加する研磨剤の粒径、量はむしろ最

適値に設定すべきものである。

【0027】〔下層（非磁性層）〕次に非磁性層である下層に関する詳細な内容について説明する。下層は、少なくとも実質的に非磁性であれば、特に制限されるべきものではなく、非磁性粉末と結合剤からなるものが好ましい。下層は、実質的に非磁性である範囲で磁性粉末も使用され得るものである。下層が実質的に非磁性であるとは、上層の電磁変換特性を実質的に低下させない範囲で下層が磁性を有することを許容するということである。

【0028】磁気記録媒体の下層に用いられる非磁性粉末としては、例えば、金属酸化物、含水金属酸化物、金属炭酸塩、金属窒化物、金属炭化物、等の無機質化合物から選択することができる。無機質化合物としては例えば $\alpha$ 化率90%以上の $\alpha$ -アルミナ、 $\beta$ -アルミナ、 $\gamma$ -アルミナ、 $\theta$ -アルミナ、炭化ケイ素、酸化クロム、酸化セリウム、 $\alpha$ -酸化鉄、ゲータイト、窒化珪素、二酸化チタン、二酸化珪素、酸化スズ、酸化マグネシウム、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、硫酸バリウム、などが単独または組合せて使用される。特に好ましいのは、20  
粒度分布の小ささ、機能付与の手段が多いこと等から、二酸化チタン、酸化亜鉛、 $\alpha$ -酸化鉄、ゲータイト、硫酸バリウムであり、さらに好ましいのは二酸化チタン、 $\alpha$ -酸化鉄、ゲータイトである。 $\alpha$ -酸化鉄は、粒径がそろった磁性酸化鉄やメタル用原料を加熱脱水、アニール処理し空孔を少なくし、必要により表面処理をしたものが好ましい。通常、二酸化チタンは光触媒性を持っているので、光があたるとラジカルが発生しバインダー、潤滑剤と反応する懸念がある。このため、二酸化チタンは、Al、Fe等を1~10質量%固溶させ光触媒特性を低下させることが好ましい。さらに表面をAl及び/又はSi化合物で処理し、触媒作用を低下させることが好ましい。

【0029】これら非磁性粉末の平均粉体サイズは5~1000nmが好ましいが、必要に応じて平均粉体サイズの異なる非磁性粉末を組み合わせたり、単独の非磁性粉末でも粉体サイズ分布を広くして同様の効果をもたせることもできる。特に、非磁性粉末が粒状金属酸化物である場合は、平均粒子径が10~150nmの範囲のものが好ましく、針状金属酸化物である場合は、平均長軸長が10~300nmのものが好ましく、10~200nmがさらに好ましい。

【0030】タップ密度は通常、0.3~1.5g/ml、好ましくは0.4~1.3g/mlである。非磁性粉末の含水率は通常、0.2~5質量%、好ましくは0.3~3質量%、さらに好ましくは0.3~1.5質量%である。非磁性粉末のpHは通常、3~12であるが、pHは5.5~11の間が特に好ましい。非磁性粉末の比表面積は通常、1~100m<sup>2</sup>/g、好ましくは5~80m<sup>2</sup>/g、さらに好ましくは10~80m<sup>2</sup>/g

である。非磁性粉末の結晶子サイズは40~1000Åが好ましく、40~800Åがさらに好ましい。DBP（ジブチルフタレート）を用いた吸油量は通常、5~100ml/100g、好ましくは10~80ml/100g、さらに好ましくは20~60ml/100gである。比重は通常、1.5~7、好ましくは3~6である。形状は針状、球状、多面体状、板状のいずれでも良い。非磁性粉末のSA（ステアリン酸）吸着量は通常、1~20μmol/m<sup>2</sup>、好ましくは2~15μmol/m<sup>2</sup>、さらに好ましくは3~8μmol/m<sup>2</sup>である。ステアリン酸吸着量が多い非磁性粉末を使用する時、表面に強く吸着する有機物で表面修飾して磁気記録媒体を作成することが好ましい。

【0031】これらの非磁性粉末の表面にはAl、Mg、Si、Ti、Zr、Sn、Sb、Zn、Y化合物で表面処理することが好ましい。特に分散性に好ましいのはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>、TiO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>、MgOおよびこれらの含水酸化物であるが、さらに好ましいのはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>およびこれらの含水酸化物である。これらは組み合わせて使用しても良いし、単独で用いることもできる。また、目的に応じて共沈させた表面処理層を用いても良いし、先ずアルミナを被覆処理した後にその表層をシリカを被覆処理する方法、またはその逆の方法を採ることもできる。また、表面処理層は目的に応じて多孔質層にしても構わないが、均質で密である方が一般には好ましい。

【0032】下層に用いられる非磁性粉末の具体的な例としては、昭和電工製ナノタイト、住友化学製HIT-100、HIT-82、戸田工業製 $\alpha$ -酸化鉄DPN-250BX、DPN-245、DPN-270BX、DPN-550BX、DPN-550RX、DBN-650RX、DAN-850RX、石原産業製酸化チタンTO-51B、TTO-55A、TTO-55B、TTO-55C、TTO-55S、TTO-55D、SN-100、チタン工業製酸化チタンSTT-4D、STT-30D、STT-30、STT-65C、 $\alpha$ -酸化鉄 $\alpha$ -40、テイカ製酸化チタンMT-100S、MT-100T、MT-150W、MT-500B、MT-600B、MT-100F、MT-500HD、堺化学製FINEX-25、BF-1、BF-10、BF-20、ST-M、同和鉱業製酸化鉄DEFIC-Y、DEFIC-R、日本アエロジル製AS2BM、TiO<sub>2</sub>P25、宇部興産製100A、500A、及びそれを焼成したものが挙げられる。

【0033】下層には、前記したようなカーボンブラックが含有される。カーボンブラックの含有量は、非磁性粉末（カーボンブラックは含まれない）100質量部に対して、好ましくは1~50質量部、より好ましくは5~30質量部の範囲である。また、非磁性粉末とカーボンブラックとの質量割合（非磁性粉末/カーボンブラック

ク)は、95/5~60/40であることが好ましく、より好ましくは90/10~70/30である。

【0034】また、下層には有機質粉末を目的に応じて、添加することもできる。例えば、アクリルスチレン系樹脂粉末、ベンゾグアナミン樹脂粉末、メラミン系樹脂粉末、フタロシアニン系顔料が挙げられるが、ポリオレフィン系樹脂粉末、ポリエステル系樹脂粉末、ポリアミド系樹脂粉末、ポリイミド系樹脂粉末、ポリフッ化エチレン樹脂も使用することができる。その製法は特開昭62-18564号、特開昭60-255827号に記載されているようなものが使用できる。

【0035】下層の結合剤樹脂(種類と量)、潤滑剤・分散剤・添加剤の量、種類、溶剤、分散方法に関しては磁性層に関する公知技術が適用できる。

【0036】〔結合剤〕磁性層、及び所望により形成される非磁性層、バック層の形成に使用できる結合剤としては、従来公知の熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応型樹脂やこれらの混合物が使用される。熱可塑性樹脂としては、ガラス転移温度が-100~150℃、数平均分子量が通常、1,000~200,000、好ましくは10,000~100,000、重合度が約50~1000程度のものである。このような例としては、塩化ビニル、酢酸ビニル、ビニルアルコール、マレイン酸、アクリル酸、アクリル酸エステル、塩化ビニリデン、アクリロニトリル、メタクリル酸、メタクリル酸エステル、スチレン、ブタジエン、エチレン、ビニルブチラール、ビニルアセタール、ビニルエーテル、等を構成単位として含む重合体または共重合体、ポリウレタン樹脂、各種ゴム系樹脂がある。

【0037】また、熱硬化性樹脂または反応型樹脂としてはフェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリウレタン硬化型樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、アルキド樹脂、アクリル系反応樹脂、ホルムアルデヒド樹脂、シリコーン樹脂、エポキシ-ポリアミド樹脂、ポリエステル樹脂とイソシアネートプレポリマーの混合物、ポリエステルポリオールとポリイソシアネートの混合物、ポリウレタンとポリイソシアネートの混合物等があげられる。これらの樹脂については朝倉書店発行の「プラスチックハンドブック」に詳細に記載されている。また、公知の電子線硬化型樹脂を各層に使用することも可能である。これらの例とその製造方法については特開昭62-256219に詳細に記載されている。以上の樹脂は単独または組合せて使用できるが、好ましいものとして塩化ビニル樹脂、塩化ビニル酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル酢酸ビニルビニルアルコール共重合体、塩化ビニル酢酸ビニル無水マレイン酸共重合体、から選ばれる少なくとも1種とポリウレタン樹脂の組合せ、またはこれらにポリイソシアネートを組み合わせたものが挙げられる。

【0038】ポリウレタン樹脂の構造はポリエステルポリウレタン、ポリエーテルポリウレタン、ポリエーテル

ポリエステルポリウレタン、ポリカーボネートポリウレタン、ポリエステルポリカーボネートポリウレタン、ポリカプロラクトンポリウレタンなど公知のものが使用できる。中でも、ジオール成分として環状構造を有する分子量500未満の短鎖ジオールと分子量500~5000の長鎖ポリエーテルジオールを含むポリウレタン樹脂が好ましい。

【0039】環状構造を有する分子量500未満の短鎖ジオール(以下、単に「短鎖ジオール」ともいう)としては、芳香族、脂環族を有するジオール、及びこれらのエチレンオキシドまたは、プロピレンオキシド付加物などから選ぶことができるものが好ましい。

【0040】短鎖ジオールとしては、ビスフェノールA、水素化ビスフェノールA、ビスフェノールS、水素化ビスフェノールS、ビスフェノールP、水素化ビスフェノールP、シクロヘキサジメタノール、シクロヘキサジオール、ハイドロキノン等が例示される。これらの中でも好ましいものとして、ビスフェノールA、水素化ビスフェノールA及びこれらのエチレンオキシド付加物、プロピレンオキシド付加物を挙げるができる。更に好ましくは水素化ビスフェノールAである。短鎖ジオールのポリウレタン樹脂中の含有量は、好ましくは15~40質量%である。

【0041】また、分子量500~5000の長鎖ポリエーテルジオール(以下、単に「長鎖ジオール」ともいう)としては、好ましくは、ビスフェノールAのプロピレンオキシド付加物、ビスフェノールAのエチレンオキシド付加物、水素化ビスフェノールAのエチレンオキシド付加物、水素化ビスフェノールAのプロピレンオキシド付加物が挙げられる。

【0042】また、炭素数が18の不飽和脂肪族カルボン酸の2量体であるダイマー酸とした後に、不飽和結合およびカルボン酸を水添還元し、さらに蒸留精製して得られるダイマージオールとポリイソシアネートとからなるポリウレタンも好ましい。ここに示したすべての結合剤について、より優れた分散性と耐久性を得るためには必要に応じ、 $-COOM$ 、 $-SO_3M$ 、 $-OSO_3M$ 、 $-P=O(OM)$ 、 $-O-P=O(OM)$ 、(以上につきMは水素原子、またはアルカリ金属)、 $OH$ 、 $NR_1$ 、 $N^+R_2$ 、(Rは炭化水素基)、エポキシ基、 $SH$ 、 $CN$ 、などから選ばれる少なくともひとつ以上の極性基を共重合または付加反応で導入したものをを用いることが好ましい。このような極性基の量は $10^{-1} \sim 10^{-8}$ モル/gであり、好ましくは $10^{-1} \sim 10^{-6}$ モル/gである。

【0043】これらの結合剤の具体的な例としてはユニオンカーバイト製VAGH、VYHH、VMCH、VAGF、VAGD、VROH、VYES、VYNC、VMCC、XYHL、XYSG、PKHH、PKHJ、PKHC、PKFE、日信化学工業製、MPR-TA、MPR-TA5、MPR-TAL、MPR-TSN、MPR

-TMF、MPR-TS、MPR-TM、MPR-TAO、電気化学製1000W、DX80、DX81、DX82、DX83、100FD、日本ゼオン製MR-104、MR-105、MR110、MR100、MR555、400X-110A、日本ポリウレタン製ニッポランN2301、N2302、N2304、大日本インキ製パンデックスT-5105、T-R3080、T-5201、バーノックD-400、D-210-80、クリスボン6109、7209、東洋紡製バイロンUR8200、UR8300、UR-8700、RV530、RV280、大日精化製、ダイフェラミン4020、5020、5100、5300、9020、9022、7020、三菱化学製、MX5004、三洋化成製サンブレNSP-150、旭化成製サランF310、F210などがあげられる。

【0044】磁気記録媒体の非磁性層、磁性層に用いられる結合剤は非磁性無機粉末または強磁性金属粉末に対し、5～50質量%の範囲、好ましくは10～30質量%の範囲で用いられる。塩化ビニル系樹脂を用いる場合は5～30質量%、ポリウレタン樹脂を用いる場合は2～20質量%、ポリイソシアネートは2～20質量%の範囲でこれらを組み合わせて用いることが好ましいが、例えば、微量の脱塩素によりヘッド腐食が起こる場合は、ポリウレタンのみまたはポリウレタンとイソシアネートのみを使用することも可能である。ポリウレタンを用いる場合はガラス転移温度が-50～150℃、好ましくは0～100℃、破断伸びが100～2000%、破断応力は0.05～10Kg/mm<sup>2</sup> (0.49～98MPa)、降伏点は0.05～10Kg/mm<sup>2</sup> (0.49～98MPa)が好ましい。

【0045】磁気記録媒体は複層構成が好ましいので、結合剤量、結合剤中に占める塩化ビニル系樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリイソシアネート、あるいはそれ以外の樹脂の量、各層を形成する各樹脂の分子量、極性基量、あるいは先に述べた樹脂の物理特性などを必要に応じ各層で変えることはもちろん可能であり、むしろ各層で最適化すべきであり、多層磁性層に関する公知技術を適用できる。例えば、各層でバインダー量を変更する場合、磁性層表面の擦傷を減らすためには磁性層のバインダー量を増量することが有効であり、ヘッドに対するヘッドタッチを良好にするためには、非磁性層のバインダー量を多くして柔軟性を持たせることができる。

【0046】磁性層、非磁性層、バック層等に用いることができるイソシアネートとしては、トリレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、ナフチレン-1,5-ジイソシアネート、オートルイジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、トリフェニルメタントリイソシアネート等のイソシアネート類、また、これらのイソシアネート

類とポリアルコールとの生成物、また、イソシアネート類の縮合によって生成したポリイソシアネート等を使用することができる。これらのイソシアネート類の市販されている商品名としては、日本ポリウレタン製、コロネートL、コロネートHL、コロネート2030、コロネート2031、ミリオネートMR、ミリオネートMTL、武田薬品製、タケネートD-102、タケネートD-110N、タケネートD-200、タケネートD-202、住友バイエル製、デスモジュールL、デスモジュールIL、デスモジュールN、デスモジュールHL、等がありこれらを単独または硬化反応性の差を利用して二つもしくはそれ以上の組合せで各層とも用いることができる。

【0047】〔添加剤〕磁性層、非磁性層等に使用される、添加剤としては潤滑効果、帯電防止効果、分散効果、可塑効果などをもつものが使用される。二硫化モリブデン、二硫化タングステン、グラファイト、窒化ホウ素、フッ化黒鉛、シリコーンオイル、極性基をもつシリコーン、脂肪酸変性シリコーン、フッ素含有シリコーン、フッ素含有アルコール、フッ素含有エステル、ポリオレフィン、ポリグリコール、アルキル燐酸エステルおよびそのアルカリ金属塩、アルキル硫酸エステルおよびそのアルカリ金属塩、ポリフェニルエーテル、フェニルホスホン酸、 $\alpha$ -ナフチル燐酸、フェニル燐酸、ジフェニル燐酸、p-エチルベンゼンホスホン酸、フェニルホスフィン酸、アミノキノン類、各種シランカップリング剤、チタンカップリング剤、フッ素含有アルキル硫酸エステルおよびそのアルカリ金属塩、炭素数10～24の一塩基性脂肪酸（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）、およびこれらの金属塩（Li、Na、K、Cu等）、または炭素数12～22の一価、二価、三価、四価、五価、六価アルコール（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）、炭素数12～22のアルコキシアルコール（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）、炭素数10～24の一塩基性脂肪酸（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）と炭素数2～12の一価、二価、三価、四価、五価、六価アルコールのいずれか一つ（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）とからなるモノ脂肪酸エステルまたはジ脂肪酸エステルまたはトリ脂肪酸エステル、アルキレンオキシド重合物のモノアルキルエーテルの脂肪酸エステル、炭素数8～22の脂肪酸アミド、炭素数8～22の脂肪族アミン等が使用できる。

【0048】これらの具体例としては脂肪酸では、カプリン酸、カプリル酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、オレイン酸、エライジン酸、リノール酸、リノレン酸、イソステアリン酸、などが挙げられる。エステル類ではブチルステアレート、オクチルステアレート、アミルステアレート、イ



ソオクチルステアレート、ブチルミリスレート、オクチルミリスレート、ブトキシエチルステアレート、ブトキシジエチルステアレート、2-エチルヘキシルステアレート、2-オクチルドデシルパルミテート、2-ヘキシルドデシルパルミテート、イソヘキサデシルステアレート、オレイルオレエート、ドデシルステアレート、トリデシルステアレート、エルカ酸オレイル、ネオペンチルグリコールジデカノエート、エチレングリコールジオレイル、アルコール類ではオレイルアルコール、ステアリルアルコール、ラウリルアルコール、などがあげられる。また、アルキレンオキサイド系、グリセリン系、グリシドール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加体、等のノニオン界面活性剤、環状アミン、エステルアミド、第四級アンモニウム塩類、ヒダントイン誘導体、複素環類、ホスホニウムまたはスルホニウム類、等のカチオン系界面活性剤、カルボン酸、スルホン酸、燐酸、硫酸エステル基、燐酸エステル基、などの酸性基を含むアニオン界面活性剤、アミノ酸類、アミノスルホン酸類、アミノアルコールの硫酸または燐酸エステル類、アルキルベタイン型、等の両性界面活性剤等も使用できる。これらの界面活性剤については、「界面活性剤便覧」(産業図書株式会社発行)に詳細に記載されている。これらの潤滑剤、帯電防止剤等は必ずしも100%純粋ではなく、主成分以外に異性体、未反応物、副反応物、分解物、酸化物等の不純分が含まれてもかまわない。これらの不純分は30質量%以下が好ましく、さらに好ましくは10質量%以下である。

【0049】これらの潤滑剤、界面活性剤は、個々に異なる物理的作用を有するものであり、その種類、量、および相乗的效果を生み出す潤滑剤の併用比率は目的に応じ最適に定められるべきものである。非磁性層、磁性層で融点の異なる脂肪酸を用い表面へのにじみ出しを制御する、沸点、融点や極性の異なるエステル類を用い表面へのにじみ出しを制御する、界面活性剤量を調節することで塗布の安定性を向上させる、潤滑剤の添加量を中間層で多くして潤滑効果を向上させるなど考えられ、無論ここに示した例のみに限られるものではない。一般には潤滑剤の総量として磁性体または非磁性粉末に対し、0.1~50質量%、好ましくは2~25質量%の範囲で選択される。

【0050】また、添加剤のすべてまたはその一部は、磁性および非磁性塗料製造のどの工程で添加してもかまわない、例えば、混練工程前に磁性体と混合する場合、磁性体と結合剤と溶剤による混練工程で添加する場合、分散工程で添加する場合、分散後に添加する場合、塗布直前に添加する場合などがある。また、目的に応じて磁性層を塗布した後、同時または逐次塗布で、添加剤の一部または全部を塗布することにより目的が達成される場合がある。また、目的によってはカレンダーした後、またはスリット終了後、磁性層表面に潤滑剤を塗布するこ

ともできる。用いられる有機溶剤は公知のものが使用でき、例えば特開昭6-68453号公報に記載の溶剤を用いることができる。

【0051】〔層構成〕磁気記録媒体の厚み構成は、支持体が好ましくは2.5~8 $\mu$ mであり、体積密度を大きくするためさらに好ましくは2.5~7.5 $\mu$ m、特に好ましくは2.5~7 $\mu$ mである。支持体と非磁性層また磁性層の間に密着性向上のための下塗り層を設けてもかまわない。下塗り層厚みは0.01~0.5 $\mu$ m、好ましくは0.02~0.5 $\mu$ mである。これらの下塗り層は公知のものが使用できる。磁性層の厚みは、用いるヘッドの飽和磁化量やヘッドギャップ長、記録信号の帯域により最適化されるものであるが、好ましくは0.01 $\mu$ m~0.5 $\mu$ mであり、さらに好ましくは0.05 $\mu$ m~0.30 $\mu$ mである。下層である非磁性層の厚みは、好ましくは0.3~2.5 $\mu$ m、さらに好ましくは0.5~2.0 $\mu$ mである。

【0052】〔バック層〕以下に、バック層について詳述する。バック層は基本的に帯電防止やカール補正などの効果を有する。また、バック層は微粒子で電気伝導性がすぐれたカーボンブラックをフィラーとして含有し、平均粒子径の異なる二種類のカーボンブラックを含有させたり、必要により無機質粉末を含有してもよい。例えば、モース硬度5~9の無機質粉末を含有させることができる。

【0053】バック層に一般的に含有されるカーボンブラックは、平均粒子径が10~20nmの微粒子状カーボンブラックと平均粒子径が50~300nm、好ましくは230~300nmの粗粒子状カーボンブラックである。一般に、上記のような微粒子状のカーボンブラックの添加により、バック層の表面電気抵抗を低く設定でき、また光透過率も低く設定できる。磁気記録の装置によっては、テープの光透過率を利用し、動作の信号に使用しているものが多くあるため、このような場合には特に微粒子状のカーボンブラックの添加は有効になる。また、微粒子状カーボンブラックは、一般に潤滑剤の保持力に優れ、潤滑剤併用時、摩擦係数の低減化に寄与する。一方、50~300nm、好ましくは230~300nmの粗粒子状カーボンブラックは、固体潤滑剤としての機能を有しており、またバック層の表面に微小突起を形成し、接触面積を低減化して、摩擦係数の低減化に寄与する。また、粗粒子状カーボンブラックのみでは、過酷な走行系で、テープ摺動により、バック層からの脱落が生じ易くなり、エラー比率の増大につながる場合があり、微粒子状カーボンブラックとの併用が好ましい。

【0054】用いることができる微粒子状カーボンブラックの具体的な商品としては、以下のものを挙げることができる。かつ内は、平均粒子径を示す。RAVEN 2000B (18nm)、RAVEN1500B (17nm) (以上、コロンビアカーボン社製)、BP800

(17 nm) (キャボット社製)、PRINTEX 90 (14 nm)、PRINTEX 95 (15 nm)、PRINTEX 85 (16 nm)、PRINTEX 75 (17 nm) (以上、デグサ社製)、#3950 (16 nm) (三菱化学(株)製)。また粗粒子カーボンブラックの具体的な商品の例としては、サーマルブラック (270 nm) (カーンカルブ社製)、RAVEN MTP (275 nm) (コロンビアカーボン社製) を挙げることができる。50~200 nm のカーボンブラックは、ゴム用カーボンブラックや、カラー用カーボンブラックより選択することができる。

【0055】バック層に添加することができる無機質粉末としては、好ましくは平均粉体サイズが20~250 nm、さらに好ましくは20~150  $\mu\text{m}$  でモース硬度が5~9の無機質粉末が挙げられる。無機質粉末としては、前述した下層に使用される非磁性粉末や研磨剤などと同様のものが使用されるが、中でも $\alpha$ -酸化鉄、 $\alpha$ -アルミナ等が好ましい。

【0056】カーボンブラックを除いた無機質粉末のバック層への添加量は、後述する結合剤100質量部に対して、好ましくは3~40質量部の範囲であり、さらに好ましくは5~30質量部の範囲である。

【0057】バック層で使用できる結合剤としては、前述した結合剤の他、繊維素系樹脂(セルロースアセートブチレート、セルロースダイアセテート、セルロースプロピオネート、ニトロセルロースなど)等を挙げることができる。

【0058】バック層は、上記各成分が結合剤中に分散されてなるものであるが、他の任意の成分として、分散剤、潤滑剤を添加することが好ましい。分散剤としては、例えば、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、オレイン酸、エライジン酸、リノール酸、リノレン酸、ステアロール酸等の炭素数12~18個の脂肪酸( $\text{RCOOH}$ 、Rは炭素数11~17個のアルキル基、又はアルケニル基)、前記脂肪酸のアルカリ金属又はアルカリ土類金属からなる金属石けん、前記の脂肪酸エステル、フッ素を含有した化合物、前記脂肪酸のアミド、ポリアルキレンオキサイドアルキルリン酸エステル、レシチン、トリアルキルポリオレフィンオキシ第四級アンモニウム塩(アルキルは炭素数1~5個、オレフィン、エチレン、プロピレンなど)、硫酸エステル、及び銅フタロシアニン等を使用することができる。これらは、単独でも組み合わせて使用しても良い。上記の中では、オレイン酸銅、銅フタロシアニン、及び硫酸バリウムが好ましい。分散剤は、結合剤樹脂100質量部に対して、通常0.5~20質量部の範囲で添加される。

【0059】潤滑剤としては、従来から磁気記録媒体に通常使用されている潤滑剤から適宜選択して使用できるが、特に炭素数18以上の脂肪酸、あるいは脂肪酸エ

テルが走行性の向上の点から好ましい。潤滑剤は、結合剤樹脂100質量部に対して通常1~5質量部の範囲で添加される。

【0060】バック層は、通常の方法に従って支持体の磁性層が設けられている側とは反対側に設けられる。即ち、前記の各成分を適当な有機溶媒に溶解、分散させた塗布液を調製し、これを常法の塗布方法に従い、塗布、乾燥することにより、支持体上にバック層を設けることができる。バック層は、その表面粗さ $R_a$ が、3D-MIRAU法による中心面平均表面粗さで好ましくは1~15 nm、さらに好ましくは1~10 nmの範囲にある。この表面粗さは、テープが巻かれた状態でバック層の表面が磁性層の表面に転写され、再生出力に影響を与えたり、ガイドポールに対する摩擦係数に影響を与えるため、上記の範囲に調整することが好ましい。なお、この表面粗さ $R_a$ の調整は、通常バック層を塗布形成後、カレンダーによる表面処理工程において、用いるカレンダーロールの材質、その表面性、圧力等の調整により行われる。バック層は、その厚みが好ましくは0.2~0.8  $\mu\text{m}$ 、さらに好ましくは0.2~0.7  $\mu\text{m}$ の範囲である。

【0061】〔支持体〕磁気記録媒体に用いられる支持体は、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート等のポリエステル類、ポリオレフィン類、セルローストリアセテート、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリスルホン、芳香族ポリアミド、ポリベンゾオキサゾールなどの公知のフィルムが使用できる。ガラス転移温度が100℃以上の支持体が好ましく、ポリエチレンナフタレート、アラミドなどの高強度支持体を用いることが特に好ましい。また必要に応じ、磁性面とベース面の表面粗さを変えるため特開平3-224127号に示されるような積層タイプの支持体を用いることもできる。これらの支持体にはあらかじめコロナ放電処理、プラズマ処理、易接着処理、熱処理、除塵処理、などを行ってもよい。

【0062】支持体としては、WYKO社製TOPO-3DのMIRAU法で測定した中心面平均表面粗さ( $S_{Ra}$ )は、通常5.0 nm以下、好ましくは3.0 nm以下、さらに好ましくは2.0 nm以下のものを使用することが好ましい。これらの支持体は、単に中心面平均表面粗さが小さいだけではなく、0.5  $\mu\text{m}$ 以上の粗大突起がないことが好ましい。また表面の粗さ形状は必要に応じて支持体に添加されるフィラーの大きさと量により自由にコントロールされるものである。これらのフィラーの例としては、Ca、Si、Tiなどの酸化物や炭酸塩の他、アクリル系などの有機粉末があげられる。支持体の最大高さ $S_{Rmax}$ は1  $\mu\text{m}$ 以下、十点平均粗さ $S_{Rz}$ は0.5  $\mu\text{m}$ 以下、中心面山高さは $S_{Rp}$ は0.5  $\mu\text{m}$ 以下、中心面谷深さは $S_{Rv}$ は0.5  $\mu\text{m}$ 以下、中心面面積率 $S_{Sr}$ は10%以上、90%以下、平均波長 $S_{\lambda a}$

は  $5\mu\text{m}$  以上、 $300\mu\text{m}$  以下が好ましい。所望の電磁変換特性と耐久性を得るため、これら支持体の表面突起分布をフィラーにより任意にコントロールできるものがあり、 $0.01\mu\text{m}$  から  $1\mu\text{m}$  の大きさのもの各々を  $0.1\text{mm}^2$  あたり 0 個から 2000 個の範囲でコントロールすることができる。

【0063】支持体の  $F-5$  値は、好ましくは  $5\sim 50\text{Kg/mm}^2$  ( $49\sim 490\text{MPa}$ ) であり、また支持体の  $100^\circ\text{C}$ 、30 分での熱収縮率は好ましくは 3% 以下、さらに好ましくは 1.5% 以下、 $80^\circ\text{C}$ 、30 分での熱収縮率は好ましくは 1% 以下、さらに好ましくは 0.5% 以下である。破断強度は  $5\sim 100\text{Kg/mm}^2$  ( $49\sim 980\text{MPa}$ )、弾性率は  $100\sim 2000\text{Kg/mm}^2$  ( $980\sim 19600\text{MPa}$ )、が好ましい。温度膨張係数は  $10^{-6}\sim 10^{-8}/^\circ\text{C}$  であり、好ましくは  $10^{-6}\sim 10^{-8}/^\circ\text{C}$  である。湿度膨張係数は  $10^{-4}/\text{RH}\%$  以下であり、好ましくは  $10^{-4}/\text{RH}\%$  以下である。これらの熱特性、寸法特性、機械強度特性は支持体の面内各方向に対し 10% 以内の差でほぼ等しいことが好ましい。

【0064】〔磁気記録媒体の製法〕磁気記録媒体は、各層の塗料を調製し、それらを支持体上に塗布、乾燥、必要に応じて加熱・硬化処理やカレンダー処理することにより製造される。磁気記録媒体の各層に相当する塗料を製造する工程は、少なくとも混練工程、分散工程、およびこれらの工程の前後に必要なに応じて設けた混合工程からなる。個々の工程はそれぞれ 2 段階以上にわかれていてもかまわない。磁性体、非磁性粉末、結合剤、カーボンブラック、研磨剤、帯電防止剤、潤滑剤、溶剤などすべての原料はどの工程の最初または途中で添加してもかまわない。また、個々の原料を 2 つ以上の工程で分割して添加してもかまわない。例えば、ポリウレタンを混練工程、分散工程、分散後の粘度調整のための混合工程で分割して投入してもよく、従来の公知の製造技術の一部の工程として用いることができる。混練工程ではオープンニード、連続ニード、加圧ニード、エクストルーダなど強い混練力をもつものを使用することが好ましい。ニードを用いる場合は磁性体または非磁性粉末と結合剤のすべてまたはその一部（ただし全結合剤の 30 質量% 以上が好ましい）および磁性体 100 部に対し 15～500 部の範囲で混練処理される。これらの混練処理の詳細については特開平 1-106338 号公報、特開平 1-79274 号公報に記載されている。また、磁性層液および非磁性層液を分散させるにはガラスビーズを用いることができるが、高比重の分散メディアであるジルコニアビーズ、チタニアビーズ、スチールビーズが好適である。これら分散メディアの粒径と充填率は最適化して用いられる。分散機は公知のものを使用することができる。分散速度がことなる磁性体、研磨剤、カーボンブラック等をあらかじめ別々に分散し、混合し必要によりさ

らに微分散して塗布液とすることができ。

【0065】なお、非磁性層を形成するための塗料の調製は、磁性塗料の調製に準じて行うことができる。

【0066】重層構成の磁気記録媒体を塗布する場合、以下のような方式を用いることが好ましい。第一に磁性塗料の塗布で一般的に用いられるグラビア塗布、ロール塗布、ブレード塗布、エクストルージョン塗布装置等により、まず下層を塗布し、下層がウェット状態のうちに特公平 1-46186 号公報や特開昭 60-238179 号公報、特開平 2-265672 号公報に開示されている支持体加圧型エクストルージョン塗布装置により上層を塗布する方法。第二に特開昭 63-88080 号公報、特開平 2-17971 号公報、特開平 2-265672 号公報に開示されているような塗布液通液スリットを二つ内蔵する一つの塗布ヘッドにより上下層をほぼ同時に塗布する方法。第三に特開平 2-174965 号公報に開示されているバックアップロール付きエクストルージョン塗布装置により上下層をほぼ同時に塗布する方法である。なお、磁性粒子の凝集による磁気記録媒体の電磁変換特性等の低下を防止するため、特開昭 62-95174 号公報や特開平 1-236968 号公報に開示されているような方法により塗布ヘッド内部の塗布液にせん断を付与することが望ましい。さらに、塗布液の粘度については、特開平 3-8471 号公報に開示されている数値範囲を満足する必要がある。

【0067】上記重層構成の磁気記録媒体を形成するには、下層を塗布し乾燥させたのち、その上に磁性層を設ける逐次重層塗布をもちいてもむろんかまわず、本発明の効果が失われるものではない。ただし、塗布欠陥を少なくし、ドロップアウトなどの品質を向上させるためには、前述の同時重層塗布を用いることが好ましい。

【0068】カレンダー処理ロールとしてエポキシ、ポリイミド、ポリアミド、ポリイミドアミド等の耐熱性のあるプラスチックロールまたは金属ロールで処理する。処理温度は、好ましくは  $50^\circ\text{C}$  以上、さらに好ましくは  $100^\circ\text{C}$  以上である。線圧力は好ましくは  $200\text{Kg/cm}$  ( $196\text{kN/m}$ ) 以上、さらに好ましくは  $300\text{Kg/cm}$  ( $294\text{kN/m}$ ) 以上である。

【0069】磁気記録媒体のヘッドに対する摩擦係数は温度  $-10^\circ\text{C}\sim 40^\circ\text{C}$ 、湿度  $0\%\sim 95\%$  の範囲において 0.5 以下、好ましくは 0.3 以下、表面電気抵抗は好ましくは磁性面が  $10^4\sim 10^{11}\Omega/\text{sq}$ 、帯電位は  $-500\text{V}$  から  $+500\text{V}$  以内が好ましい。磁性層の 0.5% 伸びでの弾性率は面内各方向で好ましくは  $100\sim 2000\text{Kg/mm}^2$  ( $980\sim 19600\text{MPa}$ )、破断強度は好ましくは  $10\sim 70\text{Kg/mm}^2$  ( $98\sim 686\text{MPa}$ )、磁気記録媒体の弾性率は面内各方向で好ましくは  $100\sim 1500\text{Kg/mm}^2$  ( $980\sim 14700\text{MPa}$ )、残留のびは好ましくは 0.5% 以下、 $100^\circ\text{C}$  以下のあらゆる温度での熱収

縮率は好ましくは 1% 以下、さらに好ましくは 0.5% 以下、もっとも好ましくは 0.1% 以下である。磁性層のガラス転移温度 (110 Hz で測定した動的粘弾性測定の損失弾性率の極大点) は 50℃ 以上 120℃ 以下が好ましく、下層非磁性層のそれは 0℃ ~ 100℃ が好ましい。損失弾性率は  $1 \times 10^7 \sim 8 \times 10^8 \text{ N/m}^2$  の範囲にあることが好ましく、損失正接は 0.2 以下であることが好ましい。損失正接が大きすぎると粘着故障が発生しやすい。これらの熱特性や機械特性は媒体の面内各方向で 10% 以内でほぼ等しいことが好ましい。磁性層中に含まれる残留溶媒は好ましくは  $100 \text{ mg/m}^2$  以下、さらに好ましくは  $10 \text{ mg/m}^2$  以下である。塗布層が有する空隙率は非磁性層、磁性層とも好ましくは 30 容量% 以下、さらに好ましくは 20 容量% 以下である。空隙率は高出力を果たすためには小さい方が好ましいが、目的によってはある値を確保した方がよい場合がある。

【0070】磁性層を 3D-MIRAU 法で測定した中心面平均表面粗さ Ra は、好ましくは 1.0 ~ 3.0 nm、さらに好ましくは 1.0 ~ 2.5 nm である。磁性層の最大高さ Rmax は 0.5  $\mu\text{m}$  以下、十点平均粗さ Rz は 0.3  $\mu\text{m}$  以下、中心面山高さ Rp は 0.3  $\mu\text{m}$  以下、中心面谷深さ Rv は 0.3  $\mu\text{m}$  以下、中心面面積率 Sr は 20 ~ 80% 以下、平均波長  $\lambda_a$  は 5 ~ 300  $\mu\text{m}$

(磁性層の組性物)

強磁性金属粉末 (表 1 の種類 1)

100 部

結合剤樹脂

塩化ビニル共重合体

13 部

( $-\text{SO}_3\text{K}$  基を  $1 \times 10^{-4} \text{ eq/g}$  含有、重合度: 300)

ポリウレタン樹脂 A

5 部

ダイヤモンド (表 2 の種類 2、平均粒子径: 90 nm)

5.0 部

カーボンブラック (表 3 の種類 1、平均粒子径: 53 nm)

1.0 部

ブチルステアレート

1 部

ステアリン酸

2 部

メチルエチルケトンとシクロヘキサノン 1:1 混合溶剤

200 部

【0074】

(非磁性層の組成物)

針状ヘマタイト

80 部

( $S_{\text{HET}}$ : 55  $\text{m}^2/\text{g}$ 、平均長軸長: 0.12  $\mu\text{m}$ 、平均針状比: 8、

pH: 8.8、表面に Al/Fe として Al が 6.5 原子% 存在)

カーボンブラック

20 部

(平均粒子径: 17 nm、DBP 吸油量: 80  $\text{ml}/100 \text{ g}$ 、

$S_{\text{HET}}$ : 240  $\text{m}^2/\text{g}$ 、pH: 7.5)

結合剤樹脂

塩化ビニル共重合体

12 部

( $-\text{SO}_3\text{K}$  基を  $1 \times 10^{-4} \text{ eq/g}$  含有、重合度: 300)

ポリウレタン樹脂 A

5 部

ブチルステアレート

1 部

ステアリン酸

2.5 部

メチルエチルケトンとシクロヘキサノン 1:1 混合溶剤

200 部

以下が好ましい。磁性層の表面突起は 0.01  $\mu\text{m}$  ~ 1  $\mu\text{m}$  の大きさのものを 0 ~ 2000 個の範囲で任意に設定することが可能であり、これにより電磁変換特性、摩擦係数を最適化することが好ましい。これらは支持体のフィラーによる表面性のコントロールや磁性層に添加する粒子の粒径と量、カレンダ処理のロール表面形状などで容易にコントロールすることができる。カールは  $\pm 3 \text{ mm}$  以内とすることが好ましい。

【0071】磁気記録媒体は、目的に応じ例えば、非磁性層と磁性層でこれらの物理特性を変えることができるのは容易に推定されることである。例えば、磁性層の弾性率を高くし走行耐久性を向上させると同時に非磁性層の弾性率を磁性層より低くして磁気記録媒体のヘッドへの当りを良くするなどである。

【0072】

【実施例】本発明の新規な特長を以下の実施例で具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0073】【実施例 1】表 1 に記載の強磁性金属粉末、表 2 に記載の研磨剤、表 3 に記載のカーボンブラックを用い、表 4 に記載の組み合わせで含まれる磁性層を設けた磁気テープを作成するため、以下の磁性層の組成物と非磁性層の組成物を作成した。以下の処方において、「部」との表示はすべて「質量部」を示す。

上記の磁性層用組成物及び非磁性層用組成物のそれぞれにニーダーで混練した後、サンドグライnderを使用して分散した。得られた分散液にポリイソシアネートを非磁性層の塗布液には5部、磁性層塗布液には6部を加え、さらにメチルエチルケトンとシクロヘキサノン1:1混合溶剤を20部加え、1 $\mu$ mの平均孔径を有するフィルターを使用して濾過し、非磁性層および磁性層用の塗布液を調製した。

【0075】上記ポリウレタン樹脂Aは、以下により合成した。還流式冷却器、攪拌機を具備し、予め窒素置換した容器に水添ビスフェノールA、ビスフェノールAのプロピレンオキシド付加物(分子量700)、ポリプロピレングリコール(分子量400)及びビス(2-ヒド

#### バック層形成用塗布液の調製

微粒子状カーボンブラック粉末 (キャボット社製、BP-800、平均粒子径:17nm)	100部
粗粒子状カーボンブラック粉末 (カーンカルプ社製、サーマルブラック、平均粒子径:270nm)	10部
炭酸カルシウム (白石工業(株)製、白艶華O、平均粒子径:40nm)	80部
$\alpha$ -酸化鉄 (戸田工業(株)製TF100、平均粒子径:110nm、 モース硬度:5.5)	15部
ニトロセルロース樹脂	140部
ポリウレタン樹脂	15部
ポリイソシアネート	40部
ポリエステル樹脂	5部
分散剤:オレイン酸銅	5部
銅フタロシアニン誘導体	5部
硫酸バリウム	5部
メチルエチルケトン	2200部
酢酸ブチル	300部
トルエン	600部

上記各成分を連続ニーダーで混練したのちサンドミルを用いて分散させた。得られた分散液を1 $\mu$ mの平均孔径を有するフィルターを用いて濾過し、バック層用塗布液を調製した。

【0077】得られた非磁性層形成用塗布液を、乾燥後の下層の厚さが1.7 $\mu$ mになるようにさらにその直後にその上に磁性塗布液を磁性層の厚さが0.20 $\mu$ mとなるように、厚さ5.5 $\mu$ mで中心面平均表面粗さが2nmのアラミドベース上に同時重層塗布をおこない、両層がまだ湿潤状態にあるうちに4.8 $\times 10^5$ A/m

(6000Oe)の磁力を持つサマリウム-コバルト磁石の同極対向による配向と6000Oeの磁力を持つソレノイドによる配向を行い、乾燥させた。その後、バック層形成用塗布液を厚み0.4 $\mu$ mとなるように塗布した。金属ロールのみから構成される7段のカレンダーで温度95℃にて分速150m/min.で処理を行い、熱処理を施した。次いで、得られた塗布物を3.8mm

ロキシエチル)スルホイソフタレート)のナトリウム塩を各々モル比で24:14:10:2でシクロヘキサノンとジメチルアセトアミドを50:50の質量比で含む混合溶媒に溶解し、窒素気流下で60℃で溶解した。触媒として、ジ-n-ジブチルスズジラウレートを使用した原料の総量に対して60ppm加えた。MDI(4,4-ジフェニルメタンジイソシアネート)をジオールの総和と等モル加え90℃にて6時間加熱反応し、エーテル基を4.0ミリモル/g含有し、かつ-SO<sub>3</sub>Na基が8 $\times 10^{-5}$ 当量/g導入されたMw45000でMn25000のポリウレタン樹脂Aを得た。

#### 【0076】

幅にスリットし、磁性層を表面研磨処理を施した後、D/Sカートリッジに組み込んでサンプル(磁気テープ)とした。

【0078】〔実施例2~16〕及び〔比較例1~6〕磁性層組成のうち表1に示した強磁性金属粉末、表2に示した研摩剤、表3に示したカーボンブラックの各々の種類を表4に記した強磁性金属粉末、研摩剤及びカーボンブラックの組み合わせで使用した以外は実施例1と同様にして、重層テープを作成した。

【0079】得られた各々の試料の磁性層の磁気特性、磁性層とバック層のRaを測定した。さらに1/2Tbの再生出力、C/N、23℃60%での摩擦係数を測定した。

(1)磁気特性:振動試料型磁力計(東英工業社製)を用い、Hm8 $\times 10^5$ A/m(10kOe)で測定した。

(2)中心面平均表面粗さ(Ra):3D-MIRAU

での表面粗さ (Ra) : WYKO社製TOPO3Dを用いて、MIRAU法で約 $250 \times 250 \mu\text{m}$ の面積のRaを測定した。測定波長約 $650 \text{ nm}$ にて球面補正、円筒補正を加えている。本方式は光干渉にて測定する非接触表面粗さ計である。

### (3) 出力

ドラムテスターを使用し、積層型ヘッド (ヘッドギャップ $0.1 \mu\text{m}$ 、トラックピッチ $3.0 \mu\text{m}$ 、飽和磁束密度 $1.3 \text{ T}$ スラ) の相対速度を $10.2 \text{ m/秒}$ とし、各記録密度の $1/2 \text{ Tb}$  ( $\lambda = 125 \text{ nm}$ ) の入出力特性から最適記録電流を決めこの電流で信号を記録し再生出力特性を測定した。ドラムテスターを使用し測定した $1/2 \text{ Tb}$ の出力特性を表5に示す。出力値は、記録密度

$$\mu = (1/\pi) \ln(T2/10)$$

【0080】

表1 強磁性金属粉末特性

種類	平均長軸長	平均短軸長	平均針状比	Vmp nm <sup>3</sup>	組成 原子% (対Fe100 原子%)			Hc		$\sigma_s$ A·m <sup>2</sup> /kg
	nm	nm			Co	Al	Y	Oe	(10 <sup>5</sup> A/m)	
1	86	14.8	5.8	9.9E+03	30	10	7	2390	1.90	155
2	70	11.7	6.0	5.0E+03	30	10	7	2320	1.85	129
3	50	10.0	5.5	2.8E+03	25	11	10	1800	1.51	112
4	40	6.7	6.0	9.3E+02	20	10	10	1740	1.38	98
11	110	18.3	6.0	1.9E+04	10	10	2	1790	1.42	130

【0081】

【表2】

表2 研磨剤粉体特性

種類	平均粒子径	Vab	素材
	nm	nm <sup>2</sup>	
1	110	7.0E+05	アルミナ
2	90	3.8E+05	ダイヤモンド
3	90	3.8E+05	シリコニア
4	90	3.8E+05	ヘマタイト
5	70	1.8E+05	ダイヤモンド
6	70	1.8E+05	シリコニア
7	70	1.8E+05	ヘマタイト
8	40	3.3E+04	ダイヤモンド
9	40	3.3E+04	シリコニア
10	40	3.3E+04	ヘマタイト
11	10	5.2E+02	ダイヤモンド
12	10	5.2E+02	シリコニア
13	10	5.2E+02	ヘマタイト
21	220	5.6E+06	アルミナ
22	180	3.1E+06	アルミナ

が異なる比較例1の再生出力を $0 \text{ dB}$ として記録密度毎に相対値で示した。

### (4) C/N

ドラムテスターを使用し測定した $1/2 \text{ Tb}$ の出力とC/N特性を表5に示す。 $1/2 \text{ Tb}$ の再生出力と $1/2 \text{ Tb}$ のから $\pm 1 \text{ MHz}$ 離れたノイズレベルを平均し算出した。記録密度が異なる比較例1のC/Nを $0 \text{ dB}$ として記録密度毎に相対値で示した。

(5)  $23^\circ\text{C}$   $60\% \text{ RH}$ 環境下での磁性層面の1パス目の摩擦係数 ( $\mu$  値)、及び100パス目の摩擦係数

$4 \text{ mm}$   $\phi$  の  $\text{sus420J}$  に  $180^\circ$  の角度でテープを渡し、荷重  $10 \text{ g}$ 、秒速  $18 \text{ mm}$  で摺動させて、オイラーの式に基づいて摩擦係数を求めた。

T2 : 摺動抵抗値 (g)

【表1】

【0082】

【表3】

表 3 カarbonブラック粉体特性

種類	銘柄	メーカー	平均粒子径	Vc	S <sub>BET</sub>	DBP吸油量	pH	揮発分
			nm	nm <sup>3</sup>	m <sup>2</sup> /g	ml/100g		
1	HS100	電気化学	53	7.8E+04	40	180	9.0	0.05
2	VULCAN XC72	CABOT	30	1.4E+04	254	174	8.5	1.5
3	CONDUVCTEX SC URTLA	COLUMBIAN Chem.	20	4.2E+03	195	115	7.6	5.0以下
4	RAVEN 2500 URTLA	COLUMBIAN Chem.	13	1.1E+03	270	65	6.8	1.2
11	RAVEN 430 URTLA	COLUMBIAN Chem.	82	2.9E+05	31	75	7.0	1.0

【0083】

【表4】

表4 実施例

	強磁性金属粉末		研磨剤		カーボンブラック	
	種類	Vmp/Vbit	種類	Vab/Vmp	種類	Vc/Vmp
実施例 1	1	0.00042	2	38.6	1	7.9
実施例 2	1	0.00042	4	38.6	2	1.4
実施例 3	1	0.00042	5	18.1	4	0.1
実施例 4	2	0.00021	3	76.5	2	2.8
実施例 5	2	0.00021	5	36.0	3	0.8
実施例 6	2	0.00021	6	36.0	3	0.8
実施例 7	2	0.00021	8	6.7	3	0.8
実施例 8	2	0.00021	9	6.7	3	0.8
実施例 9	2	0.00021	10	6.7	3	0.8
実施例 10	2	0.00021	11	0.1	4	0.2
実施例 11	3	0.00011	8	12.8	2	5.4
実施例 12	3	0.00011	10	12.8	3	1.6
実施例 13	3	0.00011	11	0.2	3	1.6
実施例 14	3	0.00011	12	0.2	4	0.4
実施例 15	3	0.00011	13	0.2	4	0.4
実施例 16	4	0.00004	10	0.8	4	1.2
比較例 1	11	0.00083	21	288.0	11	14.9
比較例 2	11	0.00083	21	288.0	1	4.0
比較例 3	11	0.00083	1	38.0	1	4.0
比較例 4	11	0.00083	22	157.7	11	14.9
比較例 5	1	0.00055	22	238.9	11	14.9
比較例 6	1	0.00055	22	238.9	1	8.1

【0084】

40 【表5】

表 5 媒体特性

	記録 bit長	トラック ピッチ	bit体積	Hc		SQ	飽和磁 束密度	磁性層厚み	$\Phi_m$	表面粗さ	摩擦係数		C/N
	(nm)	( $\mu m$ )	( $nm^3$ )	(Oe)	( $10^5 A/m$ )		(mT)	( $\mu m$ )	(mT· $\mu m$ )	(nm)	1 $\mu s$	100 $\mu s$	(dB)
実施例 1	125	3.0	2.3E+07	2480	1.97	0.88	485.0	0.15	72.8	2.4	0.24	0.25	3.1
実施例 2	125	3.0	2.3E+07	2460	1.96	0.88	486.0	0.15	72.9	2.3	0.23	0.26	3.2
実施例 3	125	3.0	2.3E+07	2445	1.95	0.88	489.0	0.07	34.2	2.3	0.24	0.26	3.4
実施例 4	125	3.0	2.3E+07	2370	1.89	0.88	393.5	0.15	59.0	2.3	0.24	0.26	8.1
実施例 5	125	3.0	2.3E+07	2350	1.87	0.88	393.0	0.15	59.0	2.3	0.24	0.26	8.3
実施例 6	125	3.0	2.3E+07	2345	1.87	0.88	394.0	0.15	59.1	2.2	0.24	0.26	8.3
実施例 7	125	3.0	2.3E+07	2350	1.87	0.88	394.0	0.15	59.1	2.2	0.24	0.26	8.3
実施例 8	125	3.0	2.3E+07	2350	1.87	0.86	394.5	0.15	59.2	2.2	0.24	0.26	8.5
実施例 9	125	3.0	2.3E+07	2345	1.87	0.85	395.0	0.07	27.7	2.1	0.24	0.26	8.5
実施例 10	125	3.0	2.3E+07	2335	1.86	0.85	339.0	0.15	50.9	2.1	0.24	0.26	8.4
実施例 11	125	3.0	2.3E+07	1960	1.56	0.83	340.0	0.15	51.0	2.1	0.24	0.26	10.1
実施例 12	125	3.0	2.3E+07	1950	1.55	0.83	342.0	0.15	51.3	2.1	0.24	0.26	10.2
実施例 13	125	3.0	2.3E+07	1945	1.55	0.83	341.0	0.07	23.9	2.0	0.25	0.26	10.3
実施例 14	125	3.0	2.3E+07	1940	1.54	0.83	344.0	0.07	24.1	2.0	0.25	0.26	10.3
実施例 15	125	3.0	2.3E+07	1940	1.54	0.83	345.0	0.07	24.2	2.0	0.25	0.26	10.3
実施例 16	125	3.0	2.3E+07	1780	1.42	0.81	307.0	0.07	21.5	2.0	0.25	0.26	13.8
比較例 1	125	3.0	2.3E+07	1810	1.44	0.86	439.5	0.20	87.9	2.8	0.24	0.24	0.0
比較例 2	125	3.0	2.3E+07	1800	1.43	0.87	441.0	0.20	88.2	2.7	0.24	0.25	0.2
比較例 3	125	3.0	2.3E+07	1790	1.42	0.86	442.5	0.20	88.5	2.7	0.24	0.25	0.3
比較例 4	125	3.0	2.3E+07	1800	1.43	0.86	441.0	0.20	88.2	2.7	0.24	0.25	0.1
比較例 5	125	3.0	2.3E+07	2395	1.91	0.87	480.0	0.20	96.0	2.6	0.24	0.25	2.5
比較例 6	125	3.0	2.3E+07	2380	1.89	0.87	485.0	0.20	97.0	2.6	0.25	0.25	2.6

【0085】尚、上記表中、例えば、表1のVmpの欄で「9.9E+03」は、「 $9.9 \times 10^3$ 」を意味する。即ち、「9.9E+03」のEは10を+03は指数を示す。他の記載も同様である。表4および表5から、本発明の実施例では表面粗さが低く、C/Nが良好であることを示している。しかし、比較例の強磁性金属粉末、研磨剤、カーボンブラックを使用した場合、表面粗さが大きく、C/Nが低く、良くないことを示している。記録密度の向上に伴い、Bit体積の微細化により適した、強磁性金属粉末、研磨剤、カーボンブラックを用いたこ

とにより、表面粗さが低く、C/Nを良好にできたものと推定している。これを使用した磁気記録媒体は、高C/Nで優れている。

## 【0086】

【発明の効果】本発明は、bit体積の微細化により適した特性を有する強磁性金属粉末、研磨剤、カーボンブラックを組み合わせて用いたことにより、表面粗さが低く、且つC/Nを良好にでき、また、本発明はMRヘッド搭載システムにも好適である。